

PAT-NO: JP403103329A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03103329 A

TITLE: PRESSING MOLD FOR GLASS AND PRODUCTION THEREOF

PUBN-DATE: April 30, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME **COUNTRY**

HASHIZUME, KENICHI

SUGIO, TAKESHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME **COUNTRY**

ASAHI GLASS CO LTD N/A

APPL-NO: JP01240582

APPL-DATE: September 19, 1989

INT-CL (IPC): C03B011/00

US-CL-CURRENT: 65/156, 65/305, 65/374.11

ABSTRACT:

PURPOSE: To stably mold a glass article having high precision by using a forming mold made of a dense silicon carbide ceramics containing Al₂O₃ fine particles uniformly dispersed in the bonded part of SiC and containing α -crystal as a major part of the SiC crystal.

CONSTITUTION: The press-forming mold of glass is made of a dense silicon carbide ceramics containing Al₂O₃ fine particles uniformly dispersed in the bonded part of SiC and containing α -SiC crystal accounting for $\geq 80\%$ of the SiC crystal. The mold can be produced by the following method. Powder of α -SiC or β -SiC is mixed with 0.5-10wt. % of Al₂O₃ powder and the mixture is crushed to obtain the raw material. The material is sintered to a density of $\geq 94\%$ using a hot-press or without applying a load and then sintered to a density of $\geq 99\%$ with a hot isostatic press(HIP).

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

Abstract Text - FPAR (2):

CONSTITUTION: The press-forming mold of glass is made of a dense silicon carbide ceramics containing Al₂O₃ fine particles uniformly dispersed in the bonded part of SiC and containing α -SiC crystal accounting for $\geq 80\%$ of the SiC crystal. The mold can be produced by the following method. Powder of α -SiC or β -SiC is mixed with 0.5-10wt. % of Al₂O₃ powder and the mixture is crushed to obtain the raw material. The material is sintered to a density of $\geq 94\%$ using a hot-press or without applying a load and then sintered to a density of $\geq 99\%$ with a hot isostatic press(HIP).

Document Identifier - DID (1):

JP 03103329 A

⑫ 公開特許公報 (A) 平3-103329

⑤ Int. Cl. 5
C 03 B 11/00識別記号 庁内整理番号
N 6359-4G

④ 公開 平成3年(1991)4月30日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全5頁)

④ 発明の名称 ガラス用のプレス成形型とその製造方法

② 特願 平1-240582

② 出願 平1(1989)9月19日

⑦ 発明者 橋爪 健一 神奈川県横浜市旭区鶴ヶ峰2-59-1

⑦ 発明者 杉生 健 神奈川県横浜市神奈川区三枚町543-134

⑦ 出願人 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

④ 代理人 弁理士 梅村 繁郎 外1名

明細書

ス成形型。

1. 発明の名称

ガラス用のプレス成形型とその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ガラスをプレス成形するセラミックス製の成形型において、成形型の素材が SiCの結合部に Al₂O₃微粒子が均等に分散し、かつ SiC結晶の80%以上が α -SiC結晶である緻密な炭化珪素質セラミックスからなることを特徴とするプレス成形型。

(2) 請求項1において、緻密な炭化珪素質セラミックスの成分が重量%で SiC 90～99.5% Al₂O₃ 0.5～10%であるガラス成形型。

(3) 請求項1または2において、緻密な炭化珪素質セラミックスがアスペクト比が平均して3以上のSiC結晶からなるプレス成形型。

(4) 請求項1～3のいずれか1つにおいて、緻密な炭化珪素質焼結体の密度(理論密度にたいする焼結体密度)が99%以上であるプレ

(5) α -SiCまたは β -SiCの粉末に Al₂O₃の粉末を 0.5～10重量%加えて混合粉碎したものを原料とし、ホットプレス焼結または無加圧焼結により94%以上の密度に焼結した後、ホットアイソスタチックプレスにより99%以上の密度に焼結することを特徴とするガラス用プレス成形型の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、光学ガラスレンズ、光磁気ディスク基板等のガラス物体をプレス成形した後に研磨工程が不要なガラス成形用プレス成形型に関する。

[従来の技術]

従来のガラス物体をプレス成形する工程では、プレス成形後に研削更には研磨により所望の面精度および面品質に仕上げるための手間のかかる工程があり、量産性に難点があるため、研削や研磨工程を省略出来るガラス物体の一発

プレス成形法の実現に向けての努力がなされつつある。このプレス成形法は、鏡面仕上げ加工したプレス成形型とガラス素地を同時に加熱し、ガラスの軟化点付近でプレス成形し、徐冷後にガラスの物体を取り出す工程からなり、プレス成形型の鏡面研磨面をガラス物体にそのまま転写させるため、ガラス物体の仕上げ加工工程が省略出来る。

このガラスの一発プレス成形法の成形型素材に要求される性能としては、型面の鏡面加工が可能なように緻密なこと、ガラスのプレス成形温度雰囲気下でもプレス型の表面性状が変化しないこと、ガラス素地が融着しないこと、プレス時の機械的衝撃に耐えることなどがあり、現在既にガラス状カーボンやSiC焼結体に β -SiCをCVDで被覆したプレス成形型が利用され始めている。

【発明の解決しようとする問題点】

ガラスの一発プレス成形用のプレス成形型としては、特開昭47-11277号公報にガラス状カーボン

易いガラス素地に対しても使用出来るガラス用のプレス成形型を提供しようとするものである。即ち、従来の技術によるガラス成形型は酸化し易い、傷つき易い、ガラス素地の変色、成形型との融着傾向、成形型表面のガラス表面への転写性、さらには耐久性に問題があり、結果として高精度のガラス製品を安定して成形出来ないという問題点があり、この問題点を改善したガラス用プレス成形型を提供しようとするものである。

〔発明の構成〕

本発明は前述の問題点を解決すべくなされたものであり、本発明のガラス用のプレス成形型では、セラミックス製の成形型において、成形型の素材がSiCの結合部にAl₂O₃微粒子が均等に分散し、かつSiC結晶の80%以上が α -SiC結晶である緻密な炭化珪素質セラミックスからなることを特徴とする。

本発明のガラス用プレス成形型の好ましい態様では、緻密な炭化珪素質セラミックスの成分

ポンを素材として用いることが開示されている。しかしガラス状カーボンは酸化し易い上に硬度も低いため、加工時や使用時に傷を生じ易いなどの欠点を有しており、耐久性も不充分なものである。また特開昭60-176928号公報には超硬合金の基材に β -SiC膜を被覆したガラス用プレス成形型が開示されているが、被成形ガラスの変色や型との融着を起こしやすいことが問題となっている。

一方、特開昭63-45135号にはSiCの基材に(111)面配向性を有する β -SiC膜が被覆された成形型が開示されているが型の研削研磨時に引っかき傷を生じ易いという問題が残されている。SiCの基材に(111)面配向性を有する β -SiC膜を被覆したプレス成形型ではガラス素地を200回プレス成形した後の表面性状に変化があり融着傾向が出るなど必ずしも充分なものではなかった。

本発明はこれ等の従来技術を解決し、一発成形用プレス成形型で、特に高軟化点で還元され

が重量 % で SiC 90~99.5% Al₂O₃ 0.5~10% である。

本発明のガラス用プレス成形型の他の好ましい態様では、緻密な炭化珪素質セラミックスがアスペクト比が平均して3以上のSiC結晶からなる。

本発明のガラス用プレス成形型の他の好ましい態様では、緻密な炭化珪素質焼結体の密度（理論密度にたいする焼結体の密度）が99%以上である。

本発明のガラス用プレス成形型の製造方法は、 α -SiCまたは β -SiCの粉末に Al_2O_3 の粉末を0.5～10重量%加えて混合粉碎したものを原料とし、ホットプレス焼結または無加圧焼結により94%以上の密度に焼結した後、ホットアイソスタチックプレスにより99%以上の密度に焼結する工程を含むことを特徴とする。

ここにおいて Al_2O_3 は炭化珪素質セラミックスを緻密に焼結するための焼結助剤としての機能を果すものであるが、同時に焼結体表面の性

状に何らかの影響を及ぼしているものと思われ、焼結助剤を含まない場合や、BC系の焼結助剤を用いた場合と比べてガラス素地との離型性が良好である。しかし Al_2O_3 は SiC の結合部に均等に分散して存在せしめることが離型性を確保するのに必要である。また α - SiC は β - SiC と比べて耐酸化性にすぐれているようであり、 SiC 結晶の 80% 以上を α - SiC とすることが安定した離型性を確保するのに必要である。しかしこの α - SiC は原料に β - SiC を用いても焼結中に生成するので最初から原料中に混入することは必ずしも必要ではない。成形型の素材は充分に緻密にして、閉気孔も出来るだけ少なくすることにより、気孔によるピンホールが成形型の表面に現れないようにする必要がある。閉気孔は通常密度が 94% となれば殆ど消失する。

成形型の素材中に含まれる Al_2O_3 の量としては 0.5 ~ 10 重量 % とすることがガラス素地の融着傾向を抑える上で好ましい。耐久性を高めるため、更に好ましくは Al_2O_3 の含有量は 3 ~ 8

プレス焼結を行う必要がある。

【実施例】

以下、実施例により本発明の内容を説明するが、実施例は本発明の実施態様の一例を示すものであって本発明を何ら限定するものではない。

第 1 図に示すガラス用のプレス成形型は、上型 1 が平板で下型 2 は表面が凹んだ直径 40mm のもので片面凸の球面ガラスレンズをプレス成形する成形型である。図において 3 は支持具であり、4 は成形されるガラス素地である。

ガラス用の成形型の素材は β - SiC 又は α - SiC 微粉末に対し、第 1 表に示した割り合いで Al_2O_3 微粉末を加え、ボールミルにより湿式で混合、粉碎を行ない、これを 2000°C において 300kg/cm² で黒鉛型を用いてホットプレスし、さらにこれを 2000°C において 1500kg/cm² でホット・アイソスタチックプレス処理して密度を 99% 以上の焼結体とし、これを第 1 図のような形状に研削し、最終的にガラス素地と接触するプレ

重量 % とする。また成形型の素材としては組織中の SiC 結晶が柱状或いは板状に発達したもののが好ましく、断面で測定した平均のアスペクト比を 3 以上とした素材を用いるのが良い。平均結晶粒径としてはこのような組織を発達せしめるためもあり、数 μ 以上のものとする方が良い結果が得られる。また原料に β - SiC 粉末を用いた方がアスペクト比の大きい組織を得易いことが分っている。焼結体の密度（理論密度にたいする焼結体の密度）は閉気孔も殆ど成形型の表面に現れないようするため 99% 以上とするのが好ましい。

このようなプレス成形型を製造するためには今の所無加圧焼結法では不充分であり、本発明のガラス用プレス成形型の製造方法ではホット・アイソスタチックプレスを利用する。但し高温での焼結を必要とするため適当な封入材が見つからないので予め閉気孔がなくなる 94% 以上の密度まで無加圧焼結法又はホットプレス焼結法で焼結しておいてからホット・アイソスタチック

ス成形面を超微粒のダイヤモンド砥粒によって最大粗さを 0.02 μ の平面精度の鏡面に研磨加工した。

このようにして製作したガラス用プレス成形型に、硼珪酸光学ガラス BK7 のガラス素地を供給し、N₂ 又は Ar の不活性雰囲気中で成形型とガラス素地を 730 °C に加熱保持し、プレス圧力 40kg/cm² で 60 秒間プレス成形し、徐冷却後ガラスの成形体を取り出した。結果は第 1 表に示した通りであり、本発明により得られたガラスレンズは型の表面粗さが良好に転写されており、成形型の面性状についても全く変化が認められず、そのまま充分にガラスレンズとして用い得る品質のものであった。同じ型を用いて夫々 200 回のプレス成形を試み、プレス成形型の面性状の変化を調べた結果を同じ第 1 表に併せて示した。また第 1 表中の 8 ~ 9 は比較例であり、成形型に使用した焼結体の密度は何れも 99% 以上のもので、成形型表面の最大粗さも同じレベルに研磨加工したものである。

またガラス素地をソーダライムガラスに変え、同様のガラスレンズのプレス成形物実験を行った結果を第2表に示した。ホットプレスの条件は上記の条件に限定する必要はなく、例えば1800~2100°Cで0.5~5時間 50~400kg/cm²で行っても良く、ホットアイソスタチックプレスの条件も1800~2100°Cで0.5~5時間 500~2000kg/cm²の範囲で適当な条件を選べば良い。これにより表面性状と離型性および耐久性にすぐれたガラスのプレス成形用成形型が得られ、ガラスレンズ等の一発プレス成形を安定して行うことが出来る。

尚、 β -SiCを原料とした場合の α -SiC結晶化率は、X線回折法により得られたピークの値から α -SiC(4H, 6H, 15R構造)と β -SiC(3C構造)組成値を算出して得たものである。

第1表 硼珪酸光学ガラスBK 7のプレス成形結果

No.	原 料	Al ₂ O ₃ 添加量 重量%	α 結晶化 率 (%)	素材密度 (%)	プレス後 のガラス 面状態	200回丸 後の型表 面の性状
1	α -SiC	3	100	>99	良好	良好
2	"	5	"	"	"	"
3	"	10	"	"	"	"
4	β -SiC	3	95	"	"	"
5	"	5	93	"	"	"
6	"	10	84	"	"	"
7	α -SiC	15	100	"	やや不良	若干粗れ
8	"	0	"	"	不良	3回目に ガラスと融着
9	β -SiC	5	75	"	"	若干粗れ
10	Si ₃ N ₄ 焼結体	-	-	"	"	ガラスと 融着
11	WC-Co 超硬合金	-	-	"	"	"

第2表 ソーダライムガラスのプレス成形結果

No.	原 料	Al ₂ O ₃ 添加量 重量%	α 結晶化 率 (%)	素材密度 (%)	プレス後 のガラス 面状態	200回丸 後の型表 面の性状
1	α -SiC	3	100	>99	良好	良好
2	"	5	"	"	"	"
3	"	10	"	"	"	"
4	β -SiC	3	95	"	"	"
5	"	5	93	"	"	"
6	"	10	84	"	"	"
7	α -SiC	15	100	"	やや不良	若干粗れ
8	"	0	"	"	不良	ガラスと融着
9	β -SiC	5	75	"	"	若干粗れ
10	Si ₃ N ₄ 焼結体	-	-	"	"	ガラスと融着
11	WC-Co 超硬合金	-	-	"	"	"

【発明の効果】

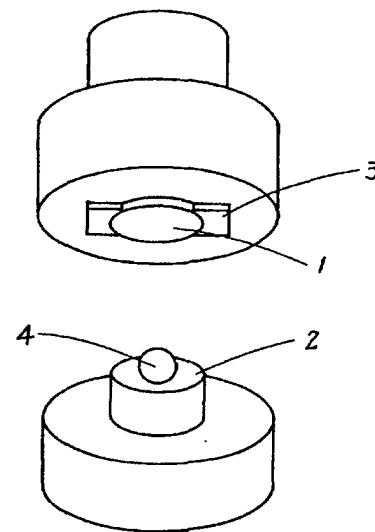
本発明のガラス用プレス成形型では素材を物理上ガラスと融着しにくくかつ耐酸化性も良い α -SiCを主構成相とし、焼結助剤としてもこの目的上良好な結果を示すAl₂O₃を微粒子としてSiC結晶の結合部に均等に分散せしめた緻密な炭化珪素質セラミックスとすることにより、ガラス素材をプレス成形する際にガラスが融着しにくく、ガラス素地を還元したりして変質せることなく、ピンホールのない成形型の鏡面研磨した表面をそのまま転写し、成形されたガラス製品は手間のかかる研削や研磨の工程を不要とし、かつ耐久性のある成形型を実現した。このガラス用プレス成形型は融点の高い硼珪酸ガラスの成形にも使え、ガラス製品を安価に量産するのに利用出来、その工業上の利用効果は多大である。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例であるガラスレンズ用のプレス成形型の説明図であり、図において

て1は上型、2は下型、3は支持具、4はガラス素地である。

第 1 図



代理人 梅村繁士
名